Docket No. 232989US0

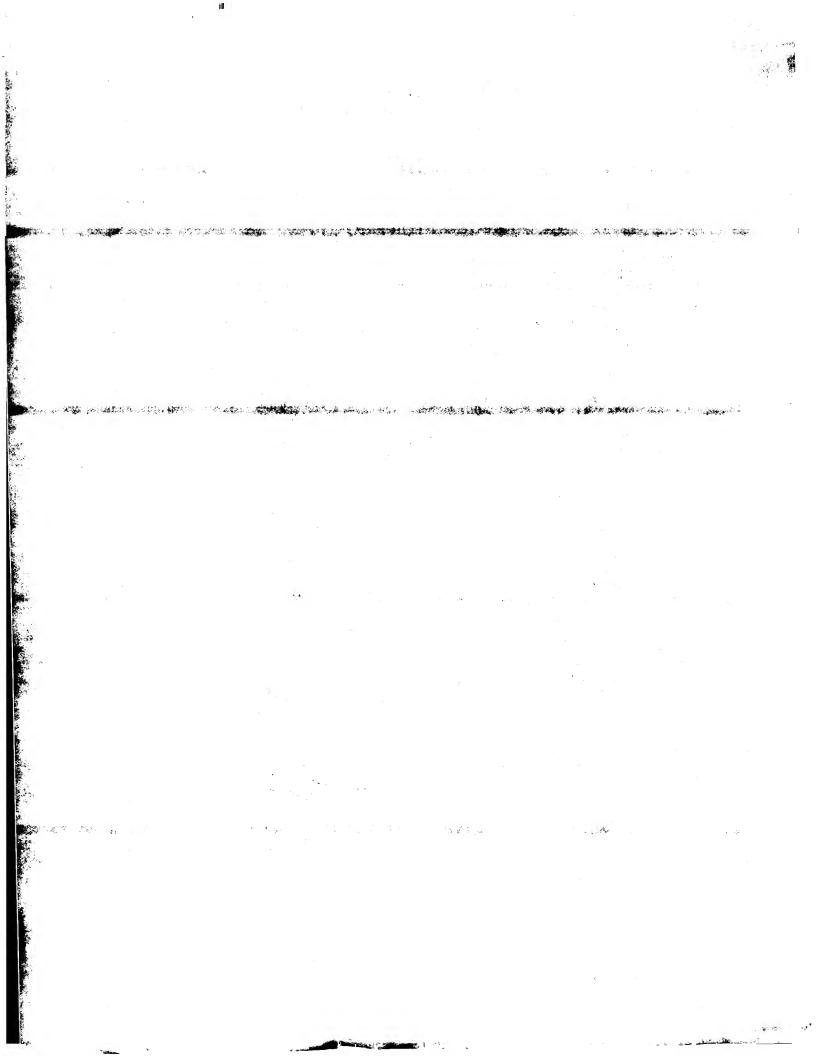
#### IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Claude DUBIEF, et al SERIAL NO: New U.S. Application FILED: Herewith FOR: PROCESS FOR THE PREPARATION OF A CATIONIC NANOEMULSION, AND COSMETIC COMPOSITION REQUEST FOR PRIORITY COMMISSIONER FOR PATENTS ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313 SIR: ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number , filed , is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120. ☐ Full benefit of the filing date(s) of U.S. Provisional Application(s) is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e): Application No. **Date Filed** 60/432,635 December 12, 2002 Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below. In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority: **COUNTRY** APPLICATION NUMBER MONTH/DAY/YEAR France 02-15080 November 29, 2002 Certified copies of the corresponding Convention Application(s) are submitted herewith □ will be submitted prior to payment of the Final Fee were filed in prior application Serial No. were submitted to the International Bureau in PCT Application Number Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304. ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and ☐ (B) Application Serial No.(s) are submitted herewith will be submitted prior to payment of the Final Fee Respectfully Submitted, OBLON, SPIVAK, McCLELLAND, MATER & NEUSTADT, P.C. Richard L. Treanor Customer Number Registration No. 36,379

22850

Tel. (703) 413-3000 Fax. (703) 413-2220 (OSMMN 05/03)

Daniel J. Pereira, Ph.D. Registration No. 45,518







#### DINVENTION BREVET

#### CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

### COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 0 5 SEP. 2003

Pour le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

NATIONAL DE PROPRIETE INDUSTRIELLE SIEGE 26 bis, rue de Saint Petersbourg 75800 PARIS cedex 08 Téléphone: 33 (0)1 53 04 53 04 Télécopie: 33 (0)1 53 04 45 23

(1)

.

.

•





### BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

*cerfa* N° 11354°02

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

# 26 bis, rue de Saint Pétersbourg 75800 Paris Cedex 08 Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54 Page 1/2



20 1 100 major		Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire 08 540 @ W / 010801			
	2002 TINPI	NOM FT ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE			
DATE 75 INPI PA	RIS	À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE			
FIED	0215080	Bureau D.A. CASALONGA - JOSSE			
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INF DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI	2 9 NOV. 200				
Vos références pou (facultatif) B02/081	r ce dossier 3 FR-IC OA 02 390				
Confirmation d'un	dépôt par télécopie	N° attribué par l'INPI à la télécopie			
2 NATURE DE LA	PROFILE AND PROPERTY AND ADDRESS OF THE PARTY	Cochez l'une des 4 cases suivantes			
Demande de bre	vet	X			
Demande de cer	tificat d'utilité				
Demande divisio	nnaire				
	Demande de brevet initiale	N° Date			
ou demana	le de certificat d'utilité initiale	N° Date			
Transformation (	d'une demande de Demande de brevet initiale	□ N° Date <u>                                     </u>			
LA DATE DE D	DU BÉNÉFICE DE	Pays ou organisation Date			
DEMINIBE AIT	TEMPERATURE VIGINIE	Date N°			
		S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»			
5 DEMANDEUR	(Cochez l'une des 2 cases)	Personne morale Personne physique			
Nom ou dénominatio	n sociale	L'ORÉAL ·			
Prėnoms					
Forme juridique		Société Anonyme			
N° SIREN					
Code APE-NAF					
Domicile	Rue	14, rue Royale			
ou siègo	Code postal et ville	[7,5,0,0,8] PARIS			
siège .	Pays	FRANCE			
Nationalité		Française			
N° de téléphon		N° de télécopie (facultatif)			
Adresse électronique (facultatif)		The state of the s			

Remplir impérativement la 2tre page



# **BREVET D'INVENTION**CERTIFICAT D'UTILITÉ

# REQUÊTE EN DÉLIVRANCE page 2/2



	29 NC	V 2002 IINPI		, I		
REN Dat	E 75 NPI	PARIS				
LIEL	j	0215080	o l			
N <sub>o</sub> I	D'ENREGISTREMENT					
NAT	TONAL ATTRIBUÉ PAR	LINDI	<b>,</b>		D3 540 ⊗ W / OIG80	
	s références p cultatif)	our ce dossier :	OA 02 390 BO2/0813 FR-IC			
6	MANDATAIR	E (s'il y a lieu)				
	Nom					
	Prénom					
	Cabinet ou So	ciété	Bureau D.A. CAS	ALONGA - JOSSE		
	N °de pouvoir de lien contrac	permanent et/ou ctuel				
	Advaga	. Rue	8, avenue Percie	r		
	Adresse	Code postal et ville	7 5 0 0 8 PA	RIS		
		Pays				
	N° de téléphor					
	N° de télécopi				:	
200	N. C. L. LEGGE STREET, SPORT BROWNING	onique (facultatif)	The state of the s			
Z	INVENTEUR	(S)	Les inventeurs so	nt nécessairement des	personnes physiques	
		urs et les inventeurs	Oui			
(District	sont les même	Assessment State of the Control of t			laire de Désignation d'inventeur(s)	
8	RAPPORT DE		W. Carlotte (1997)	une demande de brevi	et (y compris division et transformation)	
		Établissement immédiat ou établissement différé	<u>×</u>	*		
	Paiement échelonné de la redevance (en deux versements)		Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt  Oui  Non			
9	9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES		Uniquement pour les personnes physiques  Requise pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition)  Obtenue antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de lu décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence): AG			
		utilisé l'imprimé «Suite», ombre de pages jointes	Λ			
100	OU DU MAND	ité du signataire) Gérard	DOSSMANN, tm		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

# PROCÉDÉ DE PRÉPARATION DE NANOÉMULSION CATIONIQUE ET COMPOSITION COSMÉTIQUE

5

La présente invention concerne un procédé de préparation d'une nanoémulsion cationique, une composition cosmétique susceptible d'être obtenue par ledit procédé et une utilisation de ladite composition.

10

Les microémulsions et nanoémulsions de l'art antérieur sont bien connues en cosmétique et sont recherchées pour leurs propriétés cosmétiques. Elles permettent notamment d'obtenir un démêlage, une douceur, un toucher, une rinçabilité et un effet conditionneur des matières kératiniques telles que les cheveux, qui sont meilleures par rapport aux émulsions et dispersions classiques utilisées dans ce domaine.

15

Les microémulsions et nanoémulsions sont généralement obtenues soit par un procédé d'homogénéisation sous haute pression, soit par un procédé à température d'inversion de phase. Cependant, ces deux procédés présentent des inconvénients majeurs.

20

En effet, le procédé d'homogénéisation sous haute pression nécessite un appareillage spécifique et particulièrement lourd pour pouvoir travailler sous des pressions importantes allant de 12.10<sup>7</sup> à 18.10<sup>7</sup> Pa. Ce procédé n'est donc pas facile à mettre en œuvre dans l'industrie.

25

Le procédé à température d'inversion de phase (ou procédé PIT) conduit quant à lui à des nanoémulsions dont leur granulométrie est rarement inférieure à 100 nm.

30

La Demanderesse a alors découvert de manière surprenante qu'en mélangeant sous agitation dans l'ordre suivant, les composants de la phase grasse et des tensioactifs non ioniques, à une température supérieure aux températures de fusion des composants de la phase grasse et des tensioactifs non ioniques, et sous pression atmosphérique normale, puis de l'eau, suivie de l'ajout d'au moins un tensioactif cationique, on obtenait des nanoémulsions cationiques de type huile-



dans-eau, présentant une granulométrie moyenne en nombre inférieure à 100 nm.

Ces nanoémulsions cationiques obtenues avec ce procédé présentent en outre des propriétés cosmétiques telles qu'un démêlage, une douceur, un toucher, et une rinçabilité et un effet conditionneur, qui sont nettement améliorées par rapport aux propriétés cosmétiques des nanoémulsions de l'art antérieur.

Ce procédé est également plus facile à mettre en œuvre que les deux procédé connus de l'art antérieur cités ci-dessus, et ne nécessitent pas d'appareillage spécifique.

La présente invention a donc pour objet un procédé de préparation de nanoémulsion cationique.

Un autre objet de l'invention consiste en une composition cosmétique sous la forme d'une nanoémulsion cationique susceptible d'être obtenue par ledit procédé.

L'invention a également pour objet une utilisation de ladite composition comme composition de nettoyage, de teinture ou de permanente, comme composition de prétraitement ou de post-traitement des teintures, permanentes, décolorations et défrisages.

L'invention a encore pour objet un procédé de traitement des matières kératiniques mettant en œuvre ladite composition.

D'autres objets, caractéristiques, aspects et avantages de l'invention apparaîtront encore plus clairement à la lecture de la description et des divers exemples qui suivent.

Selon l'invention, le procédé de préparation de nanoémulsion cationique comprend les étapes suivantes :

(a) mélange sous agitation, d'au moins un composé gras et d'au moins un tensioactif non ionique, de préférence d'au moins deux tensioactifs non ioniques, à une température T<sub>m</sub> supérieure à la température de fusion du ou des composés gras et du ou des tensioactifs non ioniques, sous pression atmosphérique normale, le diagramme de phase ternaire composé(s) gras/tensioactif(s) non ionique(s)/eau présentant au moins une zone d'existence d'une phase nanoémulsion de type huile-dans-eau et les concentrations

20

15

5

10

25

du ou des composés gras et du ou des tensioactifs non ioniques étant choisies de telle sorte que l'on puisse atteindre cette zone de nanoémulsion par simple dilution à l'eau,

(b) ajout de l'eau, sous agitation, de manière à atteindre cette zone de nanoémulsion, et

5

10

15

20

25

30

(c) ajout à la nanoémulsion ainsi obtenue, d'au moins un tensioactif cationique.

Le choix des proportions des composants de la nanoémulsion se fait donc à l'aide du diagramme de phase ternaire phase grasse/phase émulsionnante non ionique/eau dans lequel la phase grasse est constituée d'au moins un composé gras tel que décrit ci-dessous, et la phase émulsionnante non ionique est constituée d'au moins un tensioactif non ionique tel que décrit ci-dessous. Ce diagramme permet de déterminer la zone où il y a formation d'une nanoémulsion de type huile-dans-eau. Un tel diagramme est présenté dans la Figure 1 dans laquelle π représente la zone de formation de ladite nanoémulsion.

Une fois le diagramme de phase ternaire établi selon des techniques bien connues de l'homme du métier, on choisit les proportions de la phase émulsionnante et de la phase grasse de telle sorte que le rapport pondéral  $\tau$  composé(s) gras/tensioactif(s) non ionique(s) soit compris entre A et B, points représentés sur la Figure 1.

Ce rapport pondéral  $\tau$  est généralement inférieur à 2, de préférence il est compris entre 0,1 et 1,5 et mieux encore entre 0,1 et 1.

La température  $T_m$  est de préférence comprise entre la température ambiante et 100 °C, mieux encore entre 20 °C et 85 °C. Par température ambiante, on entend une température de l'ordre de 20 °C.

De préférence, l'addition d'eau se fait aux environs de la température  $T_m$ , et encore plus préférentiellement à une température  $\Theta$  comprise entre  $T_m$  et  $T_m$ -20°C.

La quantité de composé(s) gras utilisée dans l'étape (a) est généralement comprise entre 1 et 30 % en poids, de préférence entre 1



et 20 % en poids, mieux encore entre 4 et 12 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion cationique.

La quantité de tensioactif(s) non ionique(s) utilisée dans l'étape (a) est généralement comprise entre 2 et 30 % en poids, de préférence entre 2 et 20 % en poids, mieux encore entre 8 et 20 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion cationique.

5

10

15

20

25

30

La quantité d'eau généralement ajoutée dans l'étape (b) du procédé est comprise entre 40 et 97 % en poids, de préférence entre 50 et 90 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion cationique.

Une fois la nanoémulsion obtenue, on ajoute au moins un tensioactif cationique. Le tensioactif cationique ajouté est de préférence sous forme d'une solution ou d'une dispersion dans l'eau. La température d'addition du tensioactif cationique n'est pas essentielle mais de préférence on la choisira proche de  $\Theta$  ou de  $T_m$ .

La quantité de tensioactif(s) cationique(s) utilisée dans l'étape (c) est généralement comprise entre 0,1 et 10 % en poids, de préférence entre 0,2 et 6 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion cationique.

La phase de refroidissement à température ambiante peut se faire avant ou après l'étape (c). Dans les deux cas, la taille des particules est conservée au cours de ce refroidissement, ce qui n'est notamment pas le cas dans un procédé PIT.

Le procédé selon l'invention permet d'obtenir une nanoémulsion dont les particules présentent une taille moyenne en nombre inférieure à 100 nm, de préférence comprise entre 10 et 100 nm, et encore plus préférentiellement entre 20 et 90 nm.

La taille moyenne en nombre des particules peut être déterminée en particulier selon la méthode connue de diffusion quasiélastique de la lumière. A titre d'appareil utilisable pour cette détermination, on peut citer l'appareil de marque BROOKHAVEN équipé d'un banc optique SX 200 (avec laser à 532 nm), et d'un corrélateur BI 9000. Cet appareil fournit une mesure du diamètre moyen par spectroscopie de corrélation de photon (ou PCS : "Photon

10

15

20

25

30

Correlation Spectroscopy") qui permet de déterminer le diamètre moyen en nombre à partir du facteur de polydispersité également mesuré par l'appareil.

On peut en outre caractériser la nanoémulsion par mesure de sa turbidité selon la méthode NTU à l'aide d'un turbidimètre de modèle 2100P de HACH Company, à température ambiante. La turbidité des nanoémulsions de l'invention est généralement inférieure à 400 unités NTU, et de préférence comprise entre 50 et 250 unités NTU.

Les composés gras utilisables dans le procédé selon l'invention sont de préférence choisis parmi les esters d'acide gras, les huiles végétales transestérifiées ou non, et leurs mélanges.

Comme ester d'acide gras, on peut notamment citer les composés de formule R<sub>a</sub>COOR<sub>b</sub> dans laquelle R<sub>a</sub> représente le reste d'un acide gras, saturé ou insaturé, comportant de 6 à 29 atomes de carbone, de préférence de 8 à 22 atomes de carbone, et R<sub>b</sub> représente une chaîne hydrocarbonée saturée ou insaturée, contenant de 1 à 30 atomes de carbone, de préférence de 1 à 12 atomes de carbone, tels que l'huile de Purcellin (octanoate de stéaryle), le myristate d'isopropyle, le palmitate d'isopropyle, le stéarate de butyle, le laurate d'hexyle, l'adipate de diisopropyle, l'isononanoate d'isononyle, le palmitate de 2-éthylhexyle, le laurate de 2-hexyldécyle, le palmitate de 2-octyldécyle, le myristate ou le lactate de 2-octyldodécyle.

Comme huile végétale, on peut notamment mentionner l'huile d'amande douce, l'huile d'avocat, l'huile de ricin, l'huile d'olive, la cire de jojoba, l'huile de tournesol, l'huile de germes de blé, l'huile de sésame, l'huile d'arachide, l'huile de pépins de raisin, l'huile de soja, l'huile de colza, l'huile de carthame, l'huile de coprah, l'huile de maïs, l'huile de noisette, le beurre de karité, l'huile de palme, l'huile de noyau d'abricot, l'huile de calophyllum.

Comme huile végétale transestérifiée, on utilise de préférence l'huile d'olive transestérifiée avec de l'hexanol, la cire de jojoba transestérifiée avec de l'éthanol.

Les composés gras particulièrement préférés dans le cadre de la présente invention sont le myristate d'isopropyle, l'isononanoate

10

15

20

25

30



d'isononyle, la cire de jojoba, l'huile d'olive transestérifiée avec de l'hexanol, la cire de jojoba transestérifiée avec de l'éthanol, et leurs mélanges.

Les agents tensioactifs non-ioniques utilisables dans le procédé de l'invention sont, eux aussi, des composés bien connus en soi (voir notamment à cet égard "Handbook of Surfactants" par M.R. PORTER, éditions Blackie & Son (Glasgow and London), 1991, pp 116-178) et leur nature ne revêt pas, dans le cadre de la présente invention, de caractère critique. Ainsi, ils peuvent être notamment choisis parmi (liste non limitative) les huiles végétales hydrogénées ou non, polyoxyalkylénées (2-50 moles d'oxyde d'alkylène), de préférence polyoxyéthylénées ou polyoxypropylénées, les mono-, ditriglycérides d'acide gras en C<sub>8-30</sub>, les alcools polyoxyéthylénés et/ou polyoxypropylénés, alpha-diols les polyoxyéthylénés et/ou polyoxypropylénés, les alkylphénols polyoxyéthylénés et/ou polyoxypropylénés, ayant une chaîne grasse comportant par exemple 8 à 18 atomes de carbone, le nombre de groupements oxyde d'éthylène ou oxyde de propylène pouvant aller notamment de 2 à 50, et leurs mélanges. On peut également citer les copolymères d'oxyde d'éthylène et de propylène, les condensats d'oxyde d'éthylène et de propylène sur des alcools gras ; les amides gras polyoxyéthylénés ayant de préférence de 2 à 30 moles d'oxyde d'éthylène, les amides gras polyglycérolés comportant en moyenne 1 à 5 groupements glycérol et en particulier 1,5 à 4 ; les esters d'acides gras du sorbitane ou les esters d'acides gras du sorbitane polyoxyéthylénés ayant de 2 à 30 moles d'oxyde d'éthylène ; les esters d'acides gras du saccharose, les esters d'acides gras, de préférence en  $C_{8-30}$ , du polyéthylèneglycol, les esters d'acide gras en C<sub>8-30</sub> du polyglycérol, les alkylpolyglycosides, les dérivés de N-alkyl-glucamine, les oxydes d'amines tels que les oxydes d'(alkyl en C10-C14)amine ou les oxydes de N-acylaminopropylmorpholine.

Les tensioactifs non ioniques particulièrement préférés dans l'invention sont notamment choisis parmi l'huile de ricin hydrogénée polyoxyéthylénée à 35 moles d'oxyde d'éthylène (désignée ci-après "à

35 OE"), l'huile de ricin hydrogénée polyoxyéthylénée à 7 moles d'oxyde d'éthylène (ou à 7 OE), l'huile d'olive polyoxyéthylénée à 7 OE, les mono-oléates de sorbitane à 4 OE, 5 OE ou à 20 OE, les (alkyl en C12-C14)glycosides ou (alkyl en C8-C14)glycosides, le monostéarate de glycérol à 30 OE, le mono-oléate de décaglycéryle, l'alcool oléïque polyoxyalkyléné à 2 ou 10 OE, l'alcool laurique polyoxyéthyléné à 7 OE, le dioléate de méthylglucoside et leurs mélanges.

Les tensioactifs cationiques pouvant être utilisés dans le procédé selon l'invention, sont ceux bien connus en soi, tels que les sels d'amines grasses primaires, secondaires ou tertiaires, éventuellement polyoxyalkylénées, les sels d'ammonium quaternaire, et leurs mélanges.

A titre de tensioactifs cationiques, on préfère plus particulièrement les sels d'ammonium quaternaires, tels que, par exemple:

- ceux qui présentent la formule générale (I) suivante :

$$\begin{bmatrix} R_1 & R_3 \\ R_2 & R_4 \end{bmatrix}^+ X^-$$
(I)

20

25

30

5

10

15

dans laquelle les radicaux  $R_1$  à  $R_4$ , qui peuvent être identiques ou différents, représentent un radical aliphatique, linéaire ou ramifié, comportant de 1 à 30 atomes de carbone, ou un radical aromatique tel que aryle ou alkylaryle. Les radicaux aliphatiques peuvent comporter des hétéroatomes tels que notamment l'oxygène, l'azote, le soufre et les halogènes. Les radicaux aliphatiques sont, par exemple, choisis parmi les radicaux alkyle, alcoxy, polyoxyalkylène  $(C_2-C_6)$ , alkylamide, alkyl $(C_{12}-C_{22})$ amidoalkyle $(C_2-C_6)$ , alkyl $(C_{12}-C_{22})$ acétate, hydroxyalkyle, comportant environ de 1 à 30 atomes de carbone; X est un anion choisi dans le groupe des halogénures, phosphates, acétates, lactates, alkyl $(C_1-C_6)$ sulfates, (alkyl en  $C_1-C_6)$ - ou (alkyl en  $C_1-C_6$ )aryl-sulfonates;

- les sels d'ammonium quaternaire de l'imidazoline, comme par exemple ceux de formule (II) suivante :

$$\begin{bmatrix} R_6 \\ CH_2CH_2-N(R_8)-CO-R_5 \\ R_7 \end{bmatrix}^+ X^-$$
(II)

5

10

15

dans laquelle R5 représente un radical alcényle ou alkyle comportant de 8 à 30 atomes de carbone, par exemple dérivés des acides gras du suif, R<sub>6</sub> représente un atome d'hydrogène, un radical alkyle en C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> ou un radical alcényle ou alkyle comportant de 8 à 30 atomes de carbone, R7 représente un radical alkyle en C1-C4, R8 représente un atome d'hydrogène, un radical alkyle en C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, X est un anion choisi dans le groupe des halogénures, phosphates, acétates, lactates, alkylsulfates, alkyl- ou alkylaryl-sulfonates. De préférence, R<sub>5</sub> et R<sub>6</sub> désignent un mélange de radicaux alcényle ou alkyle comportant de 12 à 21 atomes de carbone, par exemple dérivés des acides gras du suif, R, désigne un radical méthyle, R<sub>8</sub> désigne un atome d'hydrogène. Un tel produit est par exemple commercialisé sous la dénomination REWOQUAT® W 75 par la société REWO;

20

25

$$\begin{bmatrix} R_{10} & R_{12} \\ R_{9} - N - (CH_{2})_{3} - N - R_{14} \\ R_{11} & R_{13} \end{bmatrix}^{++} 2X^{-}$$
(III)

dans laquelle R9 désigne un radical aliphatique comportant environ de 16 à 30 atomes de carbone,  $R_{10}$ ,  $R_{11}$ ,  $R_{12}$ ,  $R_{13}$  et  $R_{14}$  , identiques ou différents sont choisis parmi l'hydrogène ou un radical alkyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone, et X est un anion choisi dans le

groupe des halogénures, acétates, phosphates, nitrates et méthylsulfates. De tels sels de diammonium quaternaire comprennent notamment le dichlorure de propanesuif diammonium;

- les sels d'ammonium quaternaire contenant au moins une fonction ester, tels que ceux de formule (IV) suivante:

$$R_{17} = C - (OC_rH_{2r})_y - N_{15} + (C_tH_{2t}O)_x - R_{16}$$

$$R_{15} + (C_tH_{2t}O)_x - R_{16}$$

$$(IV)$$

dans laquelle:

5

15

20

10  $R_{15}$  est choisi parmi les radicaux alkyles en  $C_1$ - $C_6$  et les radicaux hydroxyalkyles ou dihydroxyalkyles en  $C_1$ - $C_6$ ;  $R_{16}$  est choisi parmi :

- le radical 
$$R_{19}$$
— $C$ —

- les radicaux R<sub>20</sub> hydrocarbonés en C<sub>1</sub>-C<sub>22</sub>, linéaires ou ramifiés, saturés ou insaturés,
- l'atome d'hydrogène,

R<sub>18</sub> est choisi parmi:

- le radical 
$$R_{21}$$
— $C$ —

- les radicaux R<sub>22</sub> hydrocarbonés en C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, linéaires ou ramifiés, saturés ou insaturés,
- l'atome d'hydrogène,

 $R_{17}$ ,  $R_{19}$  et  $R_{21}$ , identiques ou différents, sont choisis parmi les radicaux hydrocarbonés en  $C_7$ - $C_{21}$ , linéaires ou ramifiés, saturés ou insaturés ; r, s et t, identiques ou différents, sont des entiers valant de 2 à 6 ;

y est un entier valant de 1 à 10; x et z, identiques ou différents, sont des entiers valant de 0 à 10; X est un anion simple ou complexe, organique ou inorganique;



sous réserve que la somme x+y+z vaut de 1 à 15, que lorsque x vaut 0 alors  $R_{16}$  désigne  $R_{20}$  et que lorsque z vaut 0 alors  $R_{18}$  désigne  $R_{22}$ .

Les radicaux alkyles  $R_{15}$  peuvent être linéaires ou ramifiés et plus particulièrement linéaires.

De préférence  $R_{15}$  désigne un radical méthyle, éthyle, hydroxyéthyle ou dihydroxypropyle, et plus particulièrement un radical méthyle ou éthyle.

Avantageusement, la somme x + y + z vaut de 1 à 10.

Lorsque  $R_{16}$  est un radical  $R_{20}$  hydrocarboné, il peut être long et avoir de 12 à 22 atomes de carbone, ou court et avoir de 1 à 3 atomes de carbone.

Lorsque  $R_{18}$  est un radical  $R_{22}$  hydrocarboné, il a de préférence 1 à 3 atomes de carbone.

Avantageusement,  $R_{17}$ ,  $R_{19}$  et  $R_{21}$ , identiques ou différents, sont choisis parmi les radicaux hydrocarbonés en  $C_{11}$ - $C_{21}$ , linéaires ou ramifiés, saturés ou insaturés, et plus particulièrement parmi les radicaux alkyle et alcényle en  $C_{11}$ - $C_{21}$ , linéaires ou ramifiés, saturés ou insaturés.

De préférence, x et z, identiques ou différents, valent 0 ou 1.

Avantageusement, y est égal à 1.

5

10

15

20

25

30

De préférence, r, s et t, identiques ou différents, valent 2 ou 3, et encore plus particulièrement sont égaux à 2.

L'anion est de préférence un halogénure (chlorure, bromure ou iodure) ou un alkylsulfate plus particulièrement méthylsulfate. On peut cependant utiliser le méthanesulfonate, le phosphate, le nitrate, le tosylate, un anion dérivé d'acide organique tel que l'acétate ou le lactate ou tout autre anion compatible avec l'ammonium à fonction ester.

L'anion X est encore plus particulièrement le chlorure ou le méthylsulfate.

On utilise plus particulièrement dans la composition selon l'invention, les sels d'ammonium de formule (IV) dans laquelle :

- R<sub>15</sub> désigne un radical méthyle ou éthyle,
- x et y sont égaux à 1;
- z est égal à 0 ou 1;

- r, s et t sont égaux à 2;
- R<sub>16</sub> est choisi parmi:

- le radical  $R_{19}$ —C—

- les radicaux méthyle, éthyle ou hydrocarbonés en C<sub>14</sub>-C<sub>22</sub>,
- l'atome d'hydrogène;
- R<sub>18</sub> est choisi parmi:

5

10

15

20

25

30

- le radical  $R_{21}$ —C—

- l'atome d'hydrogène;
- $R_{17}$ ,  $R_{19}$  et  $R_{21}$ , identiques ou différents, sont choisis parmi les radicaux hydrocarbonés en  $C_{13}$ - $C_{17}$ , linéaires ou ramifiés, saturés ou insaturés, et de préférence parmi les radicaux alkyles et alcényles en  $C_{13}$ - $C_{17}$ , linéaires ou ramifiés, saturés ou insaturés.

Avantageusement, les radicaux hydrocarbonés sont linéaires.

On peut citer par exemple les composés de formule (IV) tels que les sels (chlorure ou méthylsulfate notamment) de diacyloxyéthyl-diméthylammonium, de diacyloxyéthyl-hydroxyéthyl-méthylammonium, de monoacyloxyéthyl-dihydroxyéthyl-méthylammonium, de triacyloxyéthyl-méthylammonium, de monoacyloxyéthyl-hydroxyéthyl-diméthyl-ammonium et leurs mélanges. Les radicaux acyles ont de préférence 14 à 18 atomes de carbone et proviennent plus particulièrement d'une huile végétale comme l'huile de palme ou de tournesol. Lorsque le composé contient plusieurs radicaux acyles, ces derniers peuvent être identiques ou différents.

Ces produits sont obtenus, par exemple, par estérification directe de la triéthanolamine, de la triisopropanolamine, d'alkyldiéthanolamine ou d'alkyldiisopropanolamine éventuellement oxyalkylénées sur des acides gras ou sur des mélanges d'acides gras d'origine végétale ou animale, ou par transestérification de leurs esters méthyliques. Cette estérification est suivie d'une quaternisation à l'aide d'un agent d'alkylation tel qu'un halogénure d'alkyle (méthyle ou éthyle de préférence), un sulfate de dialkyle (méthyle ou éthyle de préférence), le méthane-

10

15

20

25

30

sulfonate de méthyle, le para-toluènesulfonate de méthyle, la chlorhydrine du glycol ou du glycérol.

De tels composés sont par exemple commercialisés sous les dénominations DEHYQUART® par la société HENKEL, STEPANQUAT® par la société STEPAN, NOXAMIUM® par la société CECA, REWOQUAT® WE 18 par la société REWO-WITCO.

Comme mélange de sels d'ammonium, on peut utiliser par exemple le mélange contenant 15 à 30 % en poids de méthylsulfate d'acyloxyéthyl-dihydroxyéthyl-méthylammonium, 45 à 60% de méthylsulfate de diacyloxyéthyl-hydroxyéthyl-méthylammonium et 15 à 30% de méthylsulfate de triacyloxyéthyl-méthylammonium, les radicaux acyles ayant de 14 à 18 atomes de carbone et provenant d'huile de palme éventuellement partiellement hydrogénée.

On peut aussi utiliser les sels d'ammonium contenant au moins une fonction ester décrits dans les brevets US-A-4874554 et US-A-4137180.

Parmi les sels d'ammonium quaternaire de formule (I), on préfère d'une part, les chlorures de tétraalkylammonium comme, par exemple, les chlorures de dialkyldiméthylammonium ou d'alkyltriméthylammonium dans lesquels le radical alkyle comporte environ de 12 à 22 atomes de carbone, en particulier le chlorure de béhényltriméthylammonium (Genamin® KDMP de Clariant), les chlorures de distéaryldiméthylammonium, de cétyltriméthylammonium, de benzyldiméthylstéarylammonium ou encore, d'autre part, le chlorure de palmitylamidopropyltriméthylammonium ou le chlorure de stéaramidopropyldiméthyl(myristyl acétate)-ammonium commercialisé sous la dénomination CERAPHYL® 70 par la société VAN DYK.

Les tensioactifs cationiques particulièrement préférés dans le procédé de l'invention sont choisis parmi les sels d'ammonium quaternaire, et en particulier parmi le chlorure de palmitylamidopropyltriméthylammonium, le chlorure de cétyl-triméthylammonium et le chlorure de béhényl-triméthylammonium.

La présente invention concerne aussi une composition cosmétique, sous la forme d'une nanoémulsion cationique de type

huile-dans-eau, dont les particules présentent une taille de moyenne en nombre inférieure à 100 nm, de préférence comprise entre 10 et 100 nm, encore plus préférentiellement entre 20 et 90 nm. Elle comprend au moins un composé gras, au moins un, de préférence au moins deux tensioactifs non ioniques, au moins un tensioactif cationique tels que décrits ci-dessus, et de l'eau en des proportions telles que le rapport pondéral τ composé(s) gras/tensioactif(s) non ionique(s) soit strictement inférieur à 2. τ est de préférence compris entre 0,1 et 1,5, et encore plus préférentiellement entre 0,1 et 1.

10

5

Les compositions selon l'invention comprennent le(s) composé(s) gras, le(s) tensioactif(s) non ionique(s) et le(s) tensioactif(s) cationique(s) en un rapport pondéral composé(s) gras/(tensioactif(s) non ionique(s) + tensioactif(s) cationique(s)) généralement inférieur à 1,5, de préférence compris entre 0,1 et 1.

15

Ces compositions sont susceptibles d'être obtenues par le procédé de l'invention tel que décrit ci-dessus.

Le pH des compositions de l'invention est généralement compris entre 3 et 8, de préférence entre 4 et 7.

20

Les compositions selon l'invention peuvent également contenir des additifs tels que des polymères cationiques, anioniques, non ioniques ou amphotères, des silicones non volatiles, modifiées ou non, des épaississants polymériques naturels ou synthétiques, anioniques, amphotères, zwittérioniques, non ioniques ou cationiques, associatifs ou non, des épaississants non polymériques comme des électrolytes, des sucres, des nacrants, des opacifiants, des filtres solaires, des vitamines ou provitamines, des parfums, des colorants, des particules organiques ou minérales, des conservateurs, des agents de stabilisation du pH, des sucres.

25

L'homme du métier veillera à choisir les éventuels additifs et leur quantité de manière à ce qu'ils ne nuisent pas aux propriétés des compositions de la présente invention.

30

Ces additifs sont présents dans la composition selon l'invention en une quantité allant de 0 à 50 % en poids par rapport au poids total de la composition.

Les compositions peuvent être utilisées, par exemple, comme composition de nettoyage, de teinture ou de permanente, comme composition de prétraitement ou de post-traitement des teintures, permanentes, décolorations et défrisages. De manière préférée, les compositions de l'invention sont des après-shampoings.

La présente invention concerne également un procédé de traitement cosmétique des matières kératiniques qui consiste à appliquer une quantité efficace d'une composition cosmétique telle que décrite ci-dessus, sur les matières kératiniques, à effectuer un éventuel rinçage après un éventuel temps de pose.

Les exemples suivants illustrent la présente invention et ne doivent être considérés en aucune manière comme limitant l'invention.

#### 15 EXEMPLES

5

10

20

Les compositions des exemples 1 à 14, selon l'invention, sont préparées selon le mode opératoire de l'invention à partir des ingrédients indiqués dans les tableaux 1 à 3 ci-dessous. In fine, on a obtenu des nanoémulsions cationiques.



#### Tableau 1

	Quantités en % en poids				
	Ex. 1	Ex. 2	Ex. 3	Ex. 4	Ex. 5
Huile de ricin hydrogénée à 35 OE <sup>(1)</sup>	9	7,5	15	11,8	9,75
Huile de ricin hydrogénée à 7 OE <sup>(2)</sup>	3	2,5	-	3,9	3,25
Huile d'olive à 7 OE <sup>(3)</sup>	-	_	5	-	_
Myristate d'isopropyle	8				-
Isononanoate d'isononyle	-	-	-	-	7
Cire de jojoba transestérifiée avec de l'éthanol	-	10	-	6,8	_ ·
Cire de jojoba	-	-	_	1,2	-
Huile d'olive transestérifiée avec de l'hexanol	-	-	8,6	-	-
Chlorure de palmitylamidopropyl- triméthylammonium <sup>(4)</sup>	-	-	-	-	1,5
Chlorure de cétyltriméthylammonium (MA)	~	-	2	-	-
Chlorure de béhényl-triméthylammo- nium <sup>(5)</sup> (MA)	1,6	1,6	-	1,4%	-
Microémulsion de silicone aminée (MA)	-	1,2	-	-	-
Glycérine		_	-	5	
Eau qsp	100	100	100	100	100

MA: Matière active

- (1): vendue sous la dénomination ARLATONE® 980 par la société ICI
- (2): vendue sous la dénomination ARLATONE® 989 par la société ICI
  - (3) : vendue sous la dénomination OLIVEM® 300 par la société B&T
  - (4): vendu sous le nom commercial Varisoft® PATC par la société WITCO
  - (5): vendu sous le nom commercial Genamin ® KDMP par la société Clariant GmbH



#### Tableau 2

	Quantités en % en poids				ids
		Ex. 7		Ex. 9	Ex. 10
Mono-oléate de sorbitane à 20 OE <sup>(1)</sup>	9,6	-	-	-	2,4
Mono-laurate de sorbitane <sup>(2)</sup>	2,4	-	-	-	_
Alcool oléylique polyoxyéthylénée	-	10	9,6	-	_
(10 OE) <sup>(3)</sup> Alcool oléylique polyoxyéthylénée	<del>-</del>	-	2,4	-	-
(2 OE) <sup>(4)</sup> Alcool en C12-C14 linéaire polyoxyéthylénée (7 OE) <sup>(5)</sup>	-	-	-	12	-
Dioléate de méthylglucoside <sup>(6)</sup>	-	-	-		9,6
Myristate d'isopropyle	8	10		7	-
Isononanoate d'isononyle	_	-		_	8
Cire de jojoba transestérifiée avec de	-	-	8	1	-
l'éthanol Chlorure de cétyltriméthylammonium	-	-	2	. 2	- 7
(MA) Chlorure de béhényl-triméthylammo-	1,6	1,6	-	-	1,5
nium <sup>(7)</sup> (MA)	-	1,2		-	-
Microémulsion de silicone aminée (MA)  Eau qsp	100			100	100

- (1): vendu sous le nom commercial Tween® 80 par la société Uniquema.
- (2): vendu sous le nom commercial Span® 20 par la société Uniquema.
- (3) : vendu sous le nom commercial Brij® 96 par la société Uniquema.

5

- (4): vendu sous le nom commercial e Brij® 92 par la société Uniquema.
- (5): vendu sous le nom commercial Synperonic® L7 par la société Uniquema.
- (6): vendu sous le nom commercial Glucate® DO par la société Amerchol.
- (7): vendu sous le nom commercial Genamin® KDMP par la société Clariant GmbH.

#### Tableau 3

	Quan	tités en	% en po	ids
	Ex. 11	Ex. 12	Ex. 13	Ex. 14
Monostéarate de glycérol (30 OE)(1)	3,6	-	-	-
Mono-oléate de décaglycéryle <sup>(2)</sup>	8,4	5		-
Mono-oléate de sorbitane à 20 OE <sup>(3)</sup>	_	5	-	-
(Alkyl en C12-C14)glycoside <sup>(4)</sup>	-		1,6	-
Mono-laurate de sorbitane à 4 OE <sup>(5)</sup>	-	_	6,4	
(Alkyl en C8-C14)glycoside <sup>(6)</sup>	<del>-</del> .	-	-	3
Mono-oléate de sorbitane à 5 OE <sup>(7)</sup>	-	-	-	7 ·
Myristate d'isopropyle	7,5	-	12	10
Cire de jojoba transestérifiée avec de	-	10	-	₹ . <del>.</del>
l'éthanol				ı
Cire de jojoba	0,5	-	-	
Chlorure de palmitylamidopropyltriméthyl-	-	-	-	2
ammonium <sup>(8)</sup>			ļ	<del>                                     </del>
Chlorure de cétyltriméthylammonium		-	2	2
Chlorure de (béhényl-triméthyl)ammo- nium <sup>(9)</sup> (MA)	1,6	1,6	-	
Microémulsion de silicone aminée (MA)		1,2	_	_
Glycérine	-	_	-	5
Eau qsp	100	100	100	100

- (1): vendu sous le nom commercial Tagat® S par la société Goldschmidt.
- (2): vendu sous le nom commercial Decaglyn® 1-0 par la société Nikkol.
- 5 (3): vendu sous le nom commercial Tween® 80 par la société Uniquema.

- (4): vendu sous le nom commercial Glucopon® 600 C sup par la société Cognis.
- (5): vendu sous le nom commercial Tween® 21 par la société Uniquema.
- (6): vendu sous le nom commercial Glucopon® 650 EC/hh sup par la société Cognis.
- (7): vendu sous le nom commercial Tween® 81 par la société Uniquema.
- (8): vendu sous le nom commercial Varisoft® PATC par la société WITCO.

(9) : vendu sous le nom commercial Genamin ® KDMP par la société Clariant GmbH.

La taille de particules moyenne en nombre et la turbidité des compositions des exemples 1 à 14, ont été mesurées avec les méthodes telles que décrites plus haut. On a obtenu :

- une taille des particules moyenne en nombre strictement inférieure à 100 nm, et
  - une turbidité strictement inférieure à 150 unités NTU.

Appliquées sur cheveux en tant qu'après-shampoings, ces compositions confèrent auxdits cheveux, douceur, souplesse et lissage, tonicité.

15

.5

#### REVENDICATIONS

1. Procédé de préparation d'une nanoémulsion cationique comprenant les étapes suivantes :

5

10

15

20

25

- (a) mélange sous agitation, d'au moins un composé gras et d'au moins un tensioactif non ionique à une température  $T_m$  supérieure à la température de fusion du ou des composés gras et du ou des tensioactifs non ioniques, sous pression atmosphérique normale, le diagramme de phase ternaire composé(s) gras/tensioactif(s) non ionique(s)/eau présentant au moins une zone d'existence d'une phase nanoémulsion de type huile-dans-eau et les concentrations du ou des composés gras et du ou des tensioactifs non ioniques étant choisies de telle sorte que l'on puisse atteindre cette zone de nanoémulsion par simple dilution à l'eau,
- (b) ajout de l'eau sous agitation, de manière à atteindre cette zone de nanoémulsion, et
  - (c) ajout à la nanoémulsion ainsi obtenue, d'au moins un tensioactif cationique.
- 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que Tm est comprise entre la température ambiante et 100 °C.
  - 3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que le rapport pondéral τ composé(s) gras/tensioactif(s) non ionique(s) est inférieur à 2, de préférence compris entre 0,1 et 1,5, et mieux encore entre 0,1 et 1.
- 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce qu'il comprend en outre une étape de refroidissement à température ambiante se situant avant ou après l'étape (c).
- 5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le tensioactif cationique est ajouté sous forme d'une solution ou d'une dispersion dans l'eau.
- 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le composé gras est choisi parmi les

10

15

20

25

30

esters d'acide gras, les huiles végétales transestérifiées ou non, et leurs mélanges.

- 7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que le composé gras est choisi parmi les composés de formule R<sub>a</sub>COOR<sub>b</sub> dans laquelle R<sub>a</sub> représente le reste d'un acide gras supérieur, saturé ou insaturé, comportant de 6 à 29 atomes de carbone, de préférence de 8 à 22 atomes de carbone, et R<sub>b</sub> représente une chaîne hydrocarbonée, saturée ou insaturée, contenant de 1 à 30 atomes de carbone, de préférence de 1 à 12 atomes de carbone ; l'huile d'amande douce, l'huile d'avocat, l'huile de ricin, l'huile d'olive, la cire de jojoba, l'huile de tournesol, l'huile de germes de blé, l'huile de sésame, l'huile d'arachide, l'huile de pépins de raisin, l'huile de soja, l'huile de colza, l'huile de carthame, l'huile de coprah, l'huile de maïs, l'huile de noisette, le beurre de karité, l'huile de palme, l'huile de noyau d'abricot, l'huile de calophyllum ; l'huile d'olive transestérifiée avec de l'éthanol ; et leurs mélanges.
  - 8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que le composé gras est choisi parmi le myristate d'isopropyle, l'isononanoate d'isononyle, la cire de jojoba, l'huile d'olive transestérifiée avec de l'hexanol, la cire de jojoba transestérifiée avec de l'éthanol, et leurs mélanges.
  - 9. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on utilise au moins deux tensioactifs non ioniques dans l'étape (a).
  - revendications quelconque des selon l'une 10. Procédé précédentes, caractérisé en ce que le tensioactif non ionique est choisi parmi les huiles végétales polyoxyalkylénées (2-50 moles d'oxyde d'alkylène), hydrogénées ou non, les mono-, di- ou triglycérides polyoxyéthylénés et/ou alcools les  $C_{8-30}$ , gras d'acide polyoxyéthylénés et/ou alpha-diols polyoxypropylénés, les polyoxyéthylénés et/ou alkylphénols polyoxypropylénés, les grasse, le nombre chaîne une polyoxypropylénés, ayant groupements oxyde d'éthylène ou oxyde de propylène pouvant aller

10

15

20

25

30

notamment de 2 à 50, les copolymères d'oxyde d'éthylène et de propylène, les condensats d'oxyde d'éthylène et de propylène sur des alcools gras ; les amides gras polyoxyéthylénés ayant de 2 à 30 moles d'oxyde d'éthylène, les amides gras polyglycérolés comportant en moyenne 1 à 5 groupements glycérol et en particulier 1,5 à 4 ; les esters d'acides gras du sorbitane ou les esters d'acides gras du sorbitane polyoxyéthylénés ayant de 2 à 30 moles d'oxyde d'éthylène ; les esters d'acides gras du saccharose, les esters d'acides gras du polyéthylèneglycol, les esters d'acide gras en  $C_{8-30}$  du polyglycérol, les alkylpolyglycosides, les dérivés de N-alkyl-glucamine, les oxydes d'amines tels que les oxydes d'(alkyl en  $C_{10}$ - $C_{14}$ )amine ou les oxydes de N-acylaminopropylmorpholine et leurs mélanges

11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que le tensioactif non ionique est choisi parmi l'huile de ricin hydrogénée polyoxyéthylénée à 35 OE, l'huile de ricin hydrogénée polyoxyéthylénée à 7 OE, l'huile d'olive polyoxyéthylénée à 7 OE, les mono-oléates de sorbitane à 4 OE, 5 OE ou à 20 OE, les (alkyl en C12-C14)glycosides, ou (alkyl en C8-C14)glycosides, le monostéarate de glycérol à 30 OE, le mono-oléate de décaglycéryle, l'alcool oléïque polyoxyéthylénéeà 2 ou 10 OE, l'alcool laurique polyoxyéthyléné à 7 OE, le dioléate de méthylglucoside et leurs mélanges.

12. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que le tensioactif cationique est choisi parmi :

- ceux qui présentent la formule générale (I) suivante :

$$\begin{bmatrix} R_1 & R_3 \\ R_2 & R_4 \end{bmatrix}^+ X^-$$
 (I)

dans laquelle les radicaux  $R_1$  à  $R_4$ , qui peuvent être identiques ou différents, représentent un radical aliphatique, linéaire ou ramifié, comportant de 1 à 30 atomes de carbone, ou un radical aromatique tel que aryle ou alkylaryle; X est un anion choisi dans le groupe des

halogénures, phosphates, acétates, lactates, alkyl $(C_1-C_6)$ sulfates, (alkyl en  $C_1-C_6$ ) ou (alkyl en  $C_1-C_6$ ) aryl-sulfonates;

- les sels d'ammonium quaternaire de l'imidazoline;

les sels de diammonium quaternaire de formule (VIII) :

10

15

20

25

30

$$\begin{bmatrix}
R_{10} & R_{12} \\
R_{9} - N - (CH_{2})_{3} - N - R_{14} \\
R_{11} & R_{13}
\end{bmatrix}^{++} 2X^{-}$$
(III)

dans laquelle  $R_9$  désigne un radical aliphatique comportant environ de 16 à 30 atomes de carbone,  $R_{10}$ ,  $R_{11}$ ,  $R_{12}$ ,  $R_{13}$  et  $R_{14}$ , identiques ou différents sont choisis parmi l'hydrogène ou un radical alkyle comportant de 1 à 4 atomes de carbone, et X est un anion choisi dans le groupe des halogénures, acétates, phosphates, nitrates et méthylsulfates;

- les sels d'ammonium quaternaire contenant au moins une fonction ester.
- 13. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que les tensioactifs cationiques sont choisis parmi le chlorure de palmitamidopropyltrimonium, le chlorure de cétyl-triméthylammonium et le chlorure de béhényl-triméthylammonium.
- 14. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la quantité de composé(s) gras est comprise entre 1 et 30 % en poids, de préférence entre 1 et 20 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion cationique.
- 15. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la quantité de tensioactif(s) non ionique(s) est comprise entre 2 et 30 % en poids, de préférence entre 2 et 20 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion cationique.
- 16. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la quantité d'eau est comprise entre

10

15

20

25

30

40 et 97 % en poids, de préférence entre 50 et 90 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion cationique.

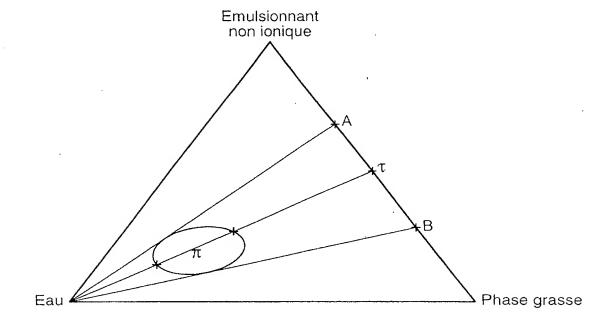
- 17. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la quantité de tensioactif(s) cationique(s) est comprise entre 0,1 et 10 % en poids, de préférence entre 0,2 et 6 % en poids par rapport au poids total de la nanoémulsion cationique.
- 18. Composition cosmétique sous forme de nanoémulsion cationique de type huile-dans-eau susceptible d'être obtenue par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 17.
- 19. Composition cosmétique sous forme de nanoémulsion cationique dont les particules présentent une taille moyenne en nombre inférieure à 100 nm, comprenant au moins un composé gras et au moins un tensioactif non ionique en un rapport pondéral  $\tau$  composé(s) gras/tensioactif(s) non ionique(s) strictement inférieur à 2, au moins un tensioactif cationique et de l'eau.
- 20. Composition cosmétique selon la revendication 19, caractérisée ce que le rapport pondéral τ composé(s) gras/tensioactif(s) non ionique(s) est compris entre 0,1 et 1,5.
- 21. Composition cosmétique selon la revendication 20, caractérisée ce que le rapport pondéral  $\tau$  composé(s) gras/tensioactif(s) non ionique(s) est compris entre 0,1 et 1.
- 22. Composition selon l'une quelconque des revendications 19 à 21, caractérisée en ce qu'elle comprend au moins deux tensioactifs non ioniques.
- 23. Composition selon l'une quelconque des revendications 18 à 22, caractérisée en ce que le rapport pondéral composé(s) gras/(tensioactif(s) non ionique(s) + tensioactif(s) cationique(s)) est inférieur à 1,5, de préférence compris entre 0,1 et 1
- 24. Composition cosmétique selon l'une quelconque des revendication 18 à 23, caractérisée en ce qu'elle comprend des additifs choisis parmi des polymères cationiques, anioniques, non ioniques ou amphotères, des silicones non volatiles, modifiées ou non, des épaississants polymériques naturels ou synthétiques, anioniques,

amphotères, zwittérioniques, non ioniques ou cationiques, associatifs ou non, des épaississants non polymériques comme des électrolytes, des sucres, des nacrants, des opacifiants, des filtres solaires, des vitamines et provitamines, des parfums, des colorants, des particules organiques ou minérales, des conservateurs, des agents de stabilisation du pH, des sucres.

- 25. Utilisation de la composition cosmétique selon l'une quelconque des revendications 18 à 24, comme composition de nettoyage, de teinture ou de permanente, comme composition de prétraitement ou de post-traitement des teintures, permanentes, décolorations et défrisages.
- 26. Utilisation selon la revendication 25, en tant qu'aprèsshampoing.

15

5

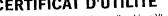






## **BREVET D'INVENTION**

### CERTIFICAT D'UTILITÉ





Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

#### DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1../2..

(À fournir dans le cas où les demandeurs et les inventeurs ne sont pas les mêmes personnes)

800 Paris Cedex 08 Jéphone : 33 (1) 53 0	4 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 8	Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire 08 113 @ 1	w / 270601
los références i	pour ce dossier (facultatif)	B02/0813FR-IC OA 02 390	
	REMENT NATIONAL	0215080	
	ENTION (200 caractères ou e		
Procédé de pr	éparation de nancemus	ion cationique et composition cosmétique.	
LE(S) DEMAND	EUR(S):		
Société Anon	yme dite : L'OREAL		
	,		
•			
DESIGNE(NT)	EN TANT QU'INVENTEU	R(S):	
		DUBIEF	
1 Nom Prénoms		Claude	
Prenoms		9, rue Edmond Rostand	
Adresse	Rue		
Adiesse	Code postal et ville	[7   8   1   5   0 ] LE CHESNAY	
Société d'ai	ppartenance (facultatif)		
2 Nom		FACK	
Prénoms		Géraldine	
Adresse	Rue	94 rue Marius Aufan	
Adiesse	Code postal et ville	[9   2   3   0   0] LEVALLOIS-PERRET	
Société d'a	ppartenance (facultatif)		
3 Nom		NICOLAS-MORGANTINI	
Prénoms		Luc	
Adresse	Rue	5, Rue de Vignet	
,,	Code postal et ville	[6 : 0 : 8 : 1 : 0 ] RULLY	
Société d'a	(facultatif)		
S'il v a plu	s de trois inventeurs, utilise	ez plusieurs formulaires. Indiquez en haut à droite le N° de la page suivi du nombre d	e page
	SIGNATURE(S)	Paris, le 20 Mai 2003	
DU (DEG)	DEMANDEUR(S)	Paris, ie 20 Mai 2000 Λ	
OU DU M	ANDATAIRE	$f \setminus ( ) $	
(Nom et e	qualité du signataire)	/ Yh hum	
1			
1		Axel CASALONGA, bm 92 1044 i	
1		Conseil en Propriété Industrielle	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.



#### **BREVET D'INVENTION**

#### CERTIFICAT D'UTILITÉ



Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

**DÉPARTEMENT DES BREVETS** 

26 bis, rue de Saint Pétersbourg 75800 Paris Cedex 08 Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 2../2..

(À fournir dans le cas où les demandeurs et les inventeurs ne sont pas les mêmes personnes)

		Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire	DB 113 @ W / 27063
Vos référence	s pour ce dossier (facultatif)	B02/0813FR-IC OA 02 390	
N° D'ENREGIS	STREMENT NATIONAL	0215080	
TITRE DE L'IN	VENTION (200 caractères ou es	paces maximum)	
Procédé de p	préparation de nanoémulsi	on cationique et composition cosmétique.	
			· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
LE(S) DEMAN	DEUR(S):		
Société Anor	nyme dite : L'OREAL		
	•		
	<u></u>		
DESIGNE(NT)	EN TANT QU'INVENTEUR	(S):	•
1 Nom		RESTLE	<del></del>
Prénoms		Serge	
	Rue	38, rue du Marëchal Joffre	
Adresse	· [ ·		•
D: / Lt - dt -	Code postal et ville	[9,5 3:9,0] SAINT-PRIX	•
	ppartenance (facultatif)		
2 Nom Prénoms		, -	
rienoms	T		
Adresse	Rue		
710,000	Code postal et ville		
Société d'ap	ppartenance (facultatif)	<u>                                   </u>	
3 Nom			
Prénoms	•		
	Rue		
Adresse			
	Code postal et ville		
	partenance (facultatif)		
S'il y a plus	de trois inventeurs, utilisez pla	usieurs formulaires. Indiquez en haut à droite le N° de la page suivi du no	mbre de pages.
	IGNATURE(S)	Paris, le 20 Mai 2003	
<del>DU (DES)-D</del> <del>OU</del> DU MAI	<del>DEMANDEUR(S)</del> NDATAIRE	·.	
	ralité du signataire)	An Carling	
		Axel CASALONGA, bm 92 1044 i	
		Conseil en Propriété Industrielle	
lai n979 17 du	Ciamina 1070 valativa à l'infan	matique aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à en for	

Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

Docket No.: 232989US0

Filing Date: November 21, 2003